

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET
POPULAIRE MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT
SUPERIEUR ET
DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

UNIVERSITE SALAH BOUBNIDER CONSTANTINE 3



FACULTE DE GENIEDESPROCEDES

**DEPARTEMENT PROCEDES
PHARMACEUTIQUE**

Mémoire de Master

Filière : **Génie des procédés**

Spécialité: **Génie pharmaceutique**

**Extraction de l'huile d'anis vert par Ultrasons,
activité biologique et contrôle de qualité**

Dirigé par: Dr. Haloui Ismahene

Grade : MCB

Présenté par:

Kaouther Hedna

Meradji Amira

Benchikh El Houcine Amel

Année Universitaire : 2022/2023.

Session : juin

Table de matière

Remerciement

Dedicace

Introduction générale	1
Chapitre I : Généralités et données bibliographiques	4
I.1. Introduction	4
I.2. Présentation botanique et géographique de la plante	4
I.2.1. Classification	4
I.2.2. Description botanique	5
I.2.3. Intérêts de la plante	6
I.2.3.1. Sur le plan nutritionnel	6
I.2.3.2. Sur le plan commercial	6
I.2.3.3. Sur le plan pharmacologique	7
I.3. Huiles naturelles	7
I.3.1. Huiles essentielles	7
I.3.2. Huiles végétales	9
I.4. Techniques d'extraction	10
I.4.1. Méthodes conventionnelles	10
I.4.1.1. Extraction par hydrodistillation	10
I.4.1.2. Extraction par entraînement à la vapeur d'eau	11
I.4.1.3. Extraction par solvant	11
I.4.1.4. Extraction par soxhet	12
I.4.2. Méthodes innovantes	13
I.4.2.1. Extraction par fluide supercritique	13
I.4.2.2. Extraction par ultrasons	14
I.5. Activités biologiques	16

I.5.1. Activité Antioxydante	16
I.5.1.1. Tests des activités antioxydantes	16
I.5.1.1.1. Test ABTS	16
I.5.1.1.2. Radical diphénylpicrylhydrazyle (DPPH)	16
I.5.1.1.3. Dosage FRAP	17
I.5.1.1.4. Phénanthroline	18
I.5.2. Activité Enzymatique	18
I.5.2.1.1. Test d'alpha amylase	18
I.5.4. Evaluation de l'effet de la Toxicité	18
I.6. Modélisation et optimisation	19
I.7. Minitab	19
I.8. Plan d'expérience	19
I.9. Plan de Box-Behnken	19
I.10. Contrôle de qualité	20
I.10.1. Taux d'acidité	20
I.10.2. L'indice de peroxyde	20
I.10.3. L'absorbance spécifique dans l'ultraviolet	21
Chapitre II : matériels et méthodes	23
II.1. Introduction	23
II.2. Matériaux et Méthodes	23
II.2.1. Matières Végétales	23
II.2.2. Traitement de la matrice solide	24
II.2.2.1. Broyage et Granulométrie	24
II.2.2.2. Teneur en Humidité (T _H)	25
II.3. Dispositif expérimental	25
II.3.1. Extraction par Hydrodistillation	25
II.3.2. Extraction par soxhlet	26

II.3.3. Extraction par ultrasons	27
II.3.3.1. Principe de l'extraction par sonificateur	27
II.3.3.2. Description et mise en fonctionnement de l'équipement.....	29
II.3.3.2.1. Description de l'équipement	29
II.3.3.2.2. Mise en fonctionnement de l'équipement	30
II.3.3.3. Développement et suivi expérimental	31
II.3.3.3.1. Domaine d'étude	31
II.3.4. Filtration sous vide	33
II.3.5. L'évaporateur rotatif	34
II.3.6. L'ETUVE	35
II.3.7. Conservation et Stockage	36
II.4. Calcul du rendement d'extraction	37
II.5. Contrôle de qualité de l'huile d'anis vert	37
II.5.1. Le taux d'acidité	37
II.5.2. Indice de peroxyde.....	38
II.5.3. L'absorbance spécifique dans l'ultraviolet	38
II.6. Activités Biologiques	39
II.6.1. Méthode d'équivalence	39
II.6.1.1. Test de piégeage des radicaux libres DPPH	40
II.6.1.1.2. Test ABTS	41
II.6.1.1.3. Test FRAP	43
II.6.1.1.4. Test de phénanthroline	44
II.6.2. Activité enzymatique	45
II.6.2.1. Test d'inhibition de l' α -amylase	45
II.6.3. Evaluation de l'effet de toxicité	46
Chapitre III : résultats et discussions	49
III.1. Introduction.....	49

III.2. Rendements d'huile d'extraction par différentes méthodes	49
III.2.1. Rendement d'extraction d'huile par cleavenger	49
III.2.2. Rendement d'extraction d'huile par soxhlet	49
III.2.3. Rendement d'extraction d'huile par ultrasons	50
III.3. Modélisation et optimisation du procédé d'extraction d'huile d'anis vert par ultrasons	50
III.3.1. Plans box-behnken	50
III.3.2. Analyse des résultats	52
III.3.3. Modélisation de la réponse	52
III.3.3.1. Test de signification des effets (test de student).....	56
III.3.3.2. Intervalle de confiance	58
III.3.3.3. Analyse de la variance (ANOVA)	59
III.3.4. Surface de la réponse	60
III.3.5. Optimum	63
III.4. Activités biologiques	64
III.4.1. Activité antioxydant	64
III.4.1.1. Test antiradicalaire DPPH	64
III.4.1.2. Test du piégeage du cation radical ABTS	67
III.4.1.3. Test du pouvoir réducteur FRAP	70
III.4.1.4. Test de Phénanthroline	73
III.4.2. Activité enzymatique	76
III.4.3. Évaluation d'effet de toxicité	78
III.5. contrôle de qualité	81
Conclusion générale.....	84
Références bibliographiques.....	85
Annexe	86
Résumé.....	

Résumé

Actuellement, la demande des produits biologique sains et naturelle, motive les chercheurs d'inventer des différentes méthodes d'extraction moderne et moins toxique comme la méthode d'extraction par ultrasons qui représente une technique innovante la plus connue.

Les grains d'anis vert ont un succès important dans leur utilisation grace a ces diverses activités biologiques, et leurs effets thérapeutiques.

Ce travail concerne l'extraction de l'huile par trois techniques.

L'objectif de ce travail est d'étudier l'efficacité des différentes méthodes d'extraction en termes d'évaluation des rendements d'extraction, des activités, et de la toxicité. Cependant, l'estimation de l'activité biologique est en relation directe avec le type d'extraction utilisé, qui peut sélectionner ou pas un ou plusieurs types de molécules responsable de l'activité biologique, et donc le résultat obtenu est corrélé directement avec la technique utilisée. Par conséquence, l'extrait obtenue par ultrasons son riche en antioxydant et cela s'explique le solvant eau/éthanol utilisés dans la méthode par ultrasons qui a tendance à extraire les composés polaires et hydrophiles tel que les antioxydants.

L'extrait présente aussi un manque de toxicité, ainsi qu'il y a une activité enzymatique.

L'optimisation de l'extraction par ultrasons nous a donné un coefficient de corrélation $R_2=94,59\%$ obtenue pour une amplitude de 55%, une pulsation de 50%, un temps de 25min, et une concentration en éthanol de 60%, nous permettant d'affirmé que le modèle obtenue est très satisfaisant et traduit bien les résultats obtenus expérimentalement.

Mot clés : Extraction, Hydrodistillation, Soxhlet, Ultrasons, Anis vert, Activités antioxydantes, activité enzymatique, Toxicité.

Abstract

Nowadays, the demand for healthy, natural organic products is motivating researchers to invent various modern, less toxic extraction methods, such as ultrasonic extraction, one of the best-known innovative techniques.

Green aniseed has enjoyed great success in use thanks to its diverse biological activities and therapeutic effects.

This work concerns the extraction of the oil by three techniques.

The aim of this work is to study the efficiency of the different extraction methods in terms of evaluation of extraction yields, activities, and toxicity. However, the estimation of biological activity is directly related to the type of extraction used, which may or may not select one or more types of molecule responsible for biological activity, and so the result obtained is directly correlated with the technique used. As a result, the extract obtained by ultrasound is rich in antioxidants, and this is explained by the water/ethanol solvent used in the ultrasound method, which tends to extract polar and hydrophilic compounds such as antioxidants.

The extract is also enzymatically active and non-toxic.

The extract also exhibits a lack of toxicity, as well as enzymatic activity.

Optimization of the ultrasonic extraction gave us a correlation coefficient $R^2=94.59\%$ obtained for an amplitude of 55%, a pulsation of 50%, a time of 25min, and an ethanol concentration of 60%, allowing us to assert that the model obtained is very satisfactory and translates well the results obtained experimentally.

Keywords: extraction, hydrodistillation, soxhlet, ultrasound, green anise, antioxidant activity, enzymatic activity, toxicity.

المخلص :

في الوقت الحالي، يُحفز الطلب على المنتجات البيولوجية الصحية و الطبيعية الباحثين على إبتكار طرق إستخراج مختلفة و أقل سُمية مثل طريقة الإستخراج بالموجات فوق الصوتية، و التي تعد واحدة من أفضل التقنيات المبتكرة المعروفة اليوم

حققت بذور اليانسون الأخضر نجاحا كبيرا في إستخدامها بفضل أنشطتها البيولوجية المختلفة وتأثيراتها العلاجية.

يتعلق هذا العمل باستخراج المستخلص بثلاث تقنيات.

الهدف من هذا العمل هو دراسة فعالية طرق الإستخراج المختلفة من حيث تقييم إنتاجية الاستخراج والأنشطة والسُمية.

و مع ذلك فإن تقدير النشاط البيولوجي يرتبط ارتباطا مباشرا بنوع الإستخراج المستخدم و الذي قد يختار نوعا أو أكثر من الجزيئات المسؤولة عن النشاط البيولوجي، و بالتالي فإن النتيجة التي تم الحصول عليها ترتبط ارتباطا مباشرا بالتقنية المستخدمة لذلك فإن المستخلصات التي تم الحصول عليها عن طريق الموجات فوق الصوتية غنية بمضادات الأكسدة، و هذا ما يفسر وجود مذيبي (ماء-إيثانول) المستخدم في طريقة الموجات فوق الصوتية التي تميل إلى إستخراج المركبات القطبية و المحبة للماء مثل مضادات الأكسدة'

يَعرَضُ المستخلص أيضا نشاطا إنزيميا وغير سام.

يُقَدِّمُ المستخلص نقصا في السُمية فضلا عن إمتلاكه ميزة النشاط الإنزيمي.

أعطانا تحسين الإستخراج بالموجات فوق الصوتية معامل الارتباط 94.59% الذي تم الحصول عليه، لسعة 55%، و نبض 50% ، وقت 25 دقيقة، و تركيز الإيثانول بنسبة 60%، مما يسمح لنا بالتأكد أن النموذج تم الحصول عليه مرضٍ للغاية و يترجم جيدا النتائج التي تم الحصول عليها تجريبيا.

الكلمات المفتاحية: استخلاص، تقطير بالماء، سوكسلبيت، الموجات فوق الصوتية، اليانسون الأخضر، النشاط المضاد للأكسدة، النشاط الأنزيمي، السمية.